

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
17. Februar 2005 (17.02.2005)

PCT

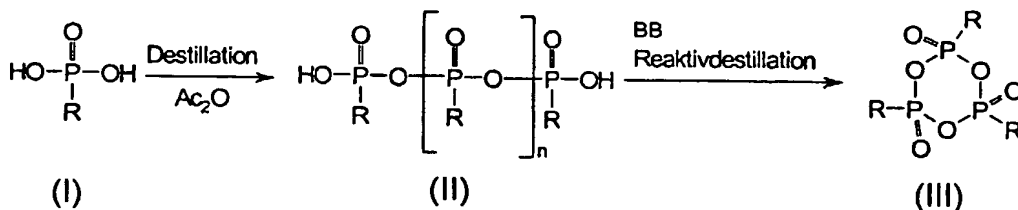
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2005/014604 A3

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: **C07F 9/6571** (72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): **WEHNER**, Mark
(21) Internationales Aktenzeichen: **PCT/EP2004/007468** [DE/DE]; Lenzhahner Weg 1A, 65527 Niedernhausen
(DE). **KIRSCHBAUM**, Bettina [DE/DE]; Loreleistr. 18,
(22) Internationales Anmeldedatum: 65929 Frankfurt am Main (DE). **DEUTSCHER**, Lothar
8. Juli 2004 (08.07.2004) [DE/DE]; Mecklenburger Str. 3, 65824 Schwalbach (DE).
WAGNER, Hans, Jürgen [DE/DE]; Rossertstr. 19,
(25) Elnrelchungssprache: Deutsch 65795 Hattersheim (DE). **HÖSSL**, Harald [DE/DE]; Am
Flachsland 51, 65779 Kelkheim (DE).
(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch (74) Anwalt: **MIKULECKY**, Klaus; Clariant Service GmbH,
Patente, Marken, Lizenzen, Am Unisys-Park 1, 65843
(30) Angaben zur Priorität: Sulzbach (DE).
103 33 042.9 21. Juli 2003 (21.07.2003) DE (81) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart*): AE, AG, AL,
(71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von* AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
US): **CLARIANT GMBH** [DE/DE]; Brüningstrasse 50, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI,
65929 Frankfurt am Main (DE). GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF CYCLIC PHOSPHONIC ACID ANHYDRIDES

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON CYCLISCHEN PHOSPHONSÄUREANHYDRIDEN



BB REACTIVE DISTILLATION

(57) Abstract: Disclosed is a method for producing cyclic phosphonic acid anhydrides of formula (III) by a) reacting phosphonic acid derivatives of formula (I) with acetic anhydride at a temperature ranging between 30 and 150 °C while separating a mixture of ethanoic acid and acetic anhydride by means of distillation, b) then reactively distilling the oligomeric phosphonic acid anhydrides of formula (II) obtained in step a) and transforming the same into the corresponding cyclic trimeric phosphonic acid anhydrides of formula (III), n representing a number between 0 and 300 while R represents allyl, aryl, or open-chain, cyclic, or branched C₁ to C₈ alkyl radicals, aryloxy, allyloxy, or alkoxy comprising open-chain, cyclic, or branched C₁ to C₈ alkyl radicals. Preferably, the cyclic trimeric phosphonic acid anhydrides formed in step b) are immediately dissolved in an organic solvent that exhibits an inert behavior relative thereto.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Herstellung von cyclischen Phosphonsäureanhydriden der Formel (III) durch a) Umsetzung von Phosphonsäure-Derivaten der Formel (I) mit Essigsäureanhydrid bei einer Temperatur im Bereich von 30 bis 150 °C und gleichzeitiger destillativer Abtrennung eines Gemisches aus Essigsäure und Essigsäureanhydrid, b) anschließender Reaktivdestillation der in Schritt a) erhaltenen oligomeren Phosphonsäureanhydride der Formel (II) und Überführung in die entsprechenden cyclischen trimeren Phosphonsäureanhydride der Formel (III), wobei, n eine ganze Zahl von 0 bis 300 ist und R für Allyl, Aryl oder offenkettige, cyclische oder verzweigte C₁ bis C₈Alkyl-Reste, Aryloxy, Allyloxy oder Alkoxy mit offenkettigen, cyclischen oder verzweigten C₁ bis C₈-Alkyl-Resten, steht. Vorzugsweise werden die in Schritt b) gebildeten cyclischen trimeren Phosphonsäureanhydride sofort in einem organischen Lösungsmittel gelöst werden, das sich diesen gegenüber inert verhält.

WO 2005/014604 A3



KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

- (84) **Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

- (88) **Veröffentlichungsdatum des Internationalen Recherchenberichts:**

6. Mai 2005

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.